

(19) JAPANESE PATENT OFFICE  
(12) PATENT JOURNAL (A)  
(11) KOKAI PATENT NO. HEI 7[1995]-67687

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: C12P 21/06  
A23G 9/02  
A23J 1/10  
3/04  
3/34  
A61K 7/00

Sequence No. for Office Use: 9282-4B

(21) Application No.: HEI 5[1993]-234312

(22) Application Date: August 27, 1993

(43) Publication Date: March 14, 1995

No. of Inventions: 4 (Total of 3 pages)

Examination Request: Not requested

(54) Title: METHOD FOR THE MANUFACTURE OF WATER-SOLUBLE SILK  
FIBROIN

(71) Inventor: Tsutomu Yamaguchi  
35-9 Sanae  
Kita-ku, Tokyo

Michio Mori  
3-17-1 Kita  
Nerima-ku, Tokyo

(72) Applicant: 593175947  
Yamaguchi Kaken K.K.

35-9 Sanae  
Kita-ku, Tokyo

593175958  
Moritomi Sangyo K.K.  
3-17-1 Kita  
Nerima-ku, Tokyo

[There are no amendments to this patent application.]

#### (57) Abstract

##### Purpose

To produce water-soluble silk fibroin with excellent properties.

##### Constitution

A method for the manufacture of water-soluble silk fibroin obtained by the hydrolysis of silk with dilute alkali, then hydrolysis by a proteinase.

##### Effects

The molecular weight of silk fibroin can be easily controlled to 1000-5000 to produce water-soluble silk fibroin with excellent properties, which can be used in foods, cosmetics, etc.

##### Claims

1. A method for the manufacture of water-soluble silk fibroin, characterized by hydrolyzing silk with a dilute alkali, then hydrolyzing with a proteinase.
2. A method described in Claim 1, wherein the hydrolysis by dilute alkali is carried out at a pH of 10-13 for 30 min to 3 h.
3. A method described in Claim 2, wherein silk is hydrolyzed by a proteinase to an average molecular weight of 1000-5000.
4. Manufacture of water-soluble silk fibroin obtained by the method of Claim 3.

\* \* \*

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-67687

(43) 公開日 平成7年(1995)3月14日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 2 P 21/06		9282-4B		
A 2 3 G 9/02				
A 2 3 J 1/10				
3/04				
3/34				

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 3 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平5-234312	(71) 出願人	593175947 山口化研株式会社 東京都北区栄町35番9号
(22) 出願日	平成5年(1993)8月27日	(71) 出願人	593175958 森富産業株式会社 東京都練馬区北町三丁目17番1号 105
		(72) 発明者	山 口 務 東京都北区栄町35番9号
		(72) 発明者	森 三千雄 東京都練馬区北町三丁目17番1号 105

(54) 【発明の名称】 水溶性絹フィブロインの製造法

(57) 【要約】

【目的】 性質の優れた水溶性絹フィブロインを製造する。

【構成】 絹を稀アルカリで加水分解し、更に蛋白分解酵素により加水分解する水溶性絹フィブロインの製造法

【効果】 絹フィブロインの分子量を1000乃至5000に容易に制御でき、得られる水溶性絹フィブロインの性質が優れており、食品、化粧品素材等に使用される。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】絹を稀アルカリで加水分解し、更に蛋白分解酵素により加水分解することを特徴とする水溶性絹フィブロインの製造法

【請求項2】請求項1において、稀アルカリで加水分解をpH10から13.5で30分から3時間行う方法

【請求項3】請求項2において、蛋白分解酵素により絹フィブロインの平均分子量が1,000乃至5,000となるまで加水分解する方法

【請求項4】請求項3の方法で得られた水溶性絹フィブロインの製造

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】絹から水溶性絹フィブロインの製造法及び該ペプチドは食品、化粧品素材等に使用される。

【0002】

【従来の技術】

発明の背景

従来から繭或いは絹糸等の絹は微細粉碎して化粧品、食品素材に使用されている。又、それら絹をアルカリで加水分解してフィブロイン水溶液及び又はセリシン水溶液を得、この水溶液を食品として使用することが提案されている（特許出願公開 平1-256351）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の方法では、加水分解の進行の制御が難しい。又、鉍酸で加水分解した場合、使用する鉍酸の量が多くその中和に要するアルカリの量が多くなり、従って、生成する塩の量が多くなり、着色或いは分解終了後の酸の除去などが煩雑となる欠点がある。

【0004】

【発明を解決するための手段】本発明は、絹を稀アルカリで加水分解し、更に蛋白分解酵素により加水分解することを特徴とする水溶性絹フィブロインの製造法である。

【0005】本発明を詳細に説明する。本発明の絹とは、繭、絹綿、絹糸或いは屑絹糸など絹製品のいずれでも使用できるが、経済的には繭或いは屑絹糸が適しており、桑類の蛋白質或いは糖類等を除去した高純度の絹が最適である。アルカリとは、水溶液状態でpH8乃至14のアルカリ物質が使用でき、具体的には、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{KOH}$ がある。

【0006】更に具体的に本発明を説明する。絹は中心の絹フィブロインが強固な絹セリシンで覆われており、よって先ず、絹を水に浸漬状態で、pH8〜14で加水分解処理を行い絹セリシンを分解する。分解は、使用するアルカリの種類及び処理条件で異なるが、稀アルカリ

2

(pH8〜13.5)で2〜6時間、好ましくはpH9〜12で3〜5時間で加熱処理して行う。例えば、 $\text{NaOH}$ の2〜5%水溶液で3〜4時間加熱処理する。強アルカリを使用した場合は必要に応じて酸にて中和する。該処理後、絹セリシンは加水分解されガム状乃至樹脂状となり、フィブロインはゾル状乃至水溶性となる。よって、絹セリシン及びその分解物は容易に分離することができる。分離は通常の固液分離処理が採用でき、例えば濾過、遠心分離等により行うことができる。

【0007】濾液として得られたゾル状乃至水溶性の絹フィブロインは、更に、蛋白分解酵素により35℃乃至60℃にて24乃至72時間好ましくは40℃乃至55℃で36乃至48時間醗酵させて加水分解させ、絹フィブロイン水溶液を得る。条件により異なるが、絹フィブロインは、分子量1000乃至5000程度に保持される。絹フィブロイン水溶液はこのままでも種々の用途に使用できるが、必要により、活性炭処理して精製し、又、水分を除去して粉末とすることも可能である。例えば、絹フィブロイン水溶液を冷凍乾燥し、又は、噴霧乾燥して粉末状の水溶性絹フィブロインを得る。

【0008】得られた水溶性絹フィブロインは、分子量1000乃至5000程度であり、無味・無臭であり保湿性、分解性、水溶性に優れ、特に小腸に於ける吸収・消化性の良い優れた機能性食品となる。又、アイスクリームやドリンク等に用いた場合、起泡性、滑らかさ、保香性が優れている。化粧品やシャンプーに用いられた場合、保水性、親水性が優れている。本発明のアルカリと酵素による二段階による加水分解では、反応の進行の制御、調整が容易であり、得られる水溶性絹フィブロインの分子量を任意に調整でき、よって、製品の性質が優れている。

【0009】実施例 1

リフラックス冷却管の付いた丸底フラスコに屑繭400グラム及び苛性ソーダ2.5%水溶液300mlを加え沸騰させ、固形分が消失するまで（3時間30分）加熱した。次いで、4%の塩酸約50mlを加えてほぼpH7に中和し、濾過した。濾過残渣は固形樹脂物であり、絹セリシンであった。濾液を、150mlまで濃縮し粘稠な絹フィブロイン水溶液を得た。これに蛋白分解酵素3グラムを加え45乃至50℃で48時間保持し醗酵させ、加水分解した。次いで、85℃30分加熱し、酵素を失活させ、限界濾過膜を通し脱塩処理して、透明な絹フィブロイン水溶液（水溶性絹フィブロインの水溶液）を得た。得られた絹フィブロイン水溶液を更に冷凍乾燥し、鱗片状の水溶性絹フィブロイン粉末を得た。

【0010】

【発明の効果】加水分解の進行、制御が容易であり、得られる水溶性絹フィブロインの性質が優れている。

(3)

特開平7-67687

フロントページの続き

(51)Int. Cl. <sup>6</sup>

A 6 1 K 7/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

J